

Air limbah, Cara uji kebutuhan oksigen biokimia

CARA UJI KEBUTUHAN OKSIGEN BIOKIMIA AIR LIMBAH

1. RUANG LINGKUP

Standar ini meliputi definisi, cara pengambilan contoh dan cara uji kebutuhan oksigen biokimia air limbah.

Cara uji ini hanya berlaku untuk air limbah yang tidak mengandung/yang telah dihilangkan zat-zat toksik atau zat-zat penghambat lainnya, misalnya klor aktif, belerang dioksida, hidrogen sulfida dan lain-lain.

2. DEFINISI

Kebutuhan oksigen biokimia disingkat KOB adalah jumlah miligram oksigen terlarut yang dibutuhkan mikroorganisme (terutama bakteri saprofit) untuk menguraikan zat organik secara biokimia dalam 1 liter air limbah pada kondisi tertentu.

Catatan :

Kebutuhan oksigen biokimia air limbah lazim disebut pula BOD (Biochemical Oxygen Demand).

3. CARA PENGAMBILAN CONTOH

Pengambilan contoh sesuai dengan ketentuan yang berlaku.

4. CARA UJI

4.1. Prinsip

Cara uji KOB pada dasarnya adalah pengukuran oksigen terlarut sebelum dan sesudah inkubasi. Menurut metoda Winkler yang disempurnakan apabila ternyata kadar oksigen terlarut tidak dapat ditentukan secara metoda tersebut maka penentuannya menurut ketentuan yang berlaku. Oksigen terlarut dalam contoh uji ditetapkan dengan menambahkan ion Mn^{2+} dalam keadaan basa yang akan teroksidasi menjadi mangani hidroksida $[MnO(OH)]$. Pada penambahan kalium yodida dan pengasaman akan dibebaskan yodium yang setara dengan jumlah oksigen dalam contoh uji. Yodium yang dibebaskan, kemudian dititrasi dengan larutan baku natrium tiosulfat menggunakan indikator kanji.

4.2. Bahan

4.2.1. Larutan Nutrisi

4.2.1.1. Larutan Penyangga Fosfat

Larutkan garam-garam berikut secara terpisah dalam air suling steril :

- 1) 8,5 g kalium hidrogen fosfat (KH_2PO_4)
- 2) 21,8 g dikalium hidrogen fosfat (K_2HPO_4)
- 3) 33,4 g dinatrium hidrogen fosfat ($Na_2HPO_4 \cdot 7H_2O$)
- 4) 3,24 g kalium nitrat (KNO_3)

Campurkan larutan-larutan 1), 2), 3) dan 4) kemudian encerkan dengan

air suling steril hingga 1 liter. Simpan dalam tempat gelap dan dingin. Larutan ini mudah kena infeksi dan tidak tahan lama. Bila larutan ini keruh atau disimpan lebih dari satu bulan tidak dapat dipergunakan lagi.

4.2.1.2. Larutan Magnesiumsulfat (MgSO_4)

Larutkan 22,5 g magnesium sulfat ($\text{MgSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$) dalam air suling, kemudian encerkan hingga 1 liter.

4.2.1.3. Larutan Feri Klorida (FeCl_3) dan Kalsium klorida (CaCl_2)

Larutkan garam-garam tersebut secara terpisah dalam air suling :

- 1) 0,25 g feri klorida ($\text{FeCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$)
- 2) 27,5 g kalsium klorida (CaCl_2).

Campurkan larutan a dan b kemudian encerkan hingga 1 liter.

4.2.2. Larutan Bibit Mikroba

Dapat digunakan air limbah domestik atau air limbah dari clarifier pengolahan primer. Sebelum digunakan larutan ini disimpan dulu dalam udara terbuka pada suhu 20°C selama 24 jam sampai 36 jam kemudian saring melalui kapas atau kertas saring.

Catatan :

Sebagai larutan bibit mikroba dapat digunakan mikroba yang telah teradaptasi dengan air limbah yang akan diuji.

4.2.3. Air Pengencer

Dapat digunakan air suling bebas Cu atau air bebas mineral yang mengandung oksigen sekitar 8 sampai 10 mg/l pada 20°C yang diperoleh dengan jalan mengalirkan gelembung udara ke dalam air. Apabila digunakan udara tekan, udara tersebut perlu dimurnikan melalui saringan.

Udara ini tidak boleh mengandung zat-zat lain, seperti minyak, air dan gas. Bila perlu, uji kadar oksigen dalam air pengencer menurut ketentuan yang berlaku.

4.2.4. Asam Sulfat (H_2SO_4) 0,05 M

Encerkan 2,8 ml asam sulfat pekat (massa jenis = 1,84) dengan air suling hingga 1 liter.

4.2.5. Larutan Natrium Hidroksida (NaOH) 0,1 M

Larutkan 4,0 g natrium hidroksida dalam air suling, kemudian encerkan hingga 1 liter.

4.2.6. Larutan Natrium Sulfit (Na_2SO_3) 0,0125 M

Larutkan 1,6 g natrium sulfit dalam air suling, kemudian encerkan hingga 1 liter. Larutan ini tidak stabil, pada pemakaiannya harus digunakan larutan yang baru dibuat.

4.2.7. Larutan Kalium Yodida (KI) 10 %

Larutkan 10 g kalium yodida dalam air suling hingga 100 ml.

4.2.8. Asam Asetat (CH_3COOH) 8,7 M

Encerkan 250 ml asam asetat glacial (massa jenis = 1,049) dengan 250 ml air suling.

4.2.9. Larutan indikator Amylum (kanji)

Larutkan 1 g kanji dalam 200 ml air suling panas. Tambahkan sedikit (beberapa mg) merkuri yodida (Hg I_2) sebagai pengawet.

4.2.10. Larutan Alkali Yodida

Larutkan secara terpisah 500 g natrium hidroksida (NaOH) dan 150 g kalium yodida (KI) dalam air suling. Campurkan kedua larutan tersebut, kemudian encerkan sampai 1 liter. Tambahkan ke dalam larutan tersebut larutan natrium azida yang mengandung 10 g NaN_3 dalam 40 ml air suling.

4.2.11. Larutan Mangano Sulfat (MnSO_4)

Larutkan 480 g mangano sulfat ($\text{MnSO}_4 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$) dalam air suling, kemudian encerkan hingga 1 liter. Lakukan penyaringan jika larutan tersebut keruh.

4.2.12. Asam Fosfat Pekat (H_3PO_4) massa jenis = 1,83

4.2.13. Larutan Baku Natrium Tiosulfat ($\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$) 0,1 N

Larutkan 25 g natrium tiosulfat ($\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$) dalam air suling dingin yang telah dididihkan, tambahkan 0,1 g natrium karbonat (Na_2CO_3) kemudian encerkan dengan air suling hingga 1 liter. Biarkan selama ± 24 jam dan (bila perlu disaring dengan kertas saring) kemudian tetapkan normalitasnya.

4.2.14. Larutan Baku Natrium Tiosulfat ($\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$) 0,01 N

Pipet 100 ml larutan natrium tiosulfat 0,1 N (4, 2, 13), encerkan dengan air suling dingin yang telah dididihkan dalam labu ukur hingga 1 liter.

4.2.15. Larutan Yodium (I_2) 0,01 N

Larutkan 1,28 g yodium dan 20 g kalium yodida dalam 40 ml air suling dalam labu ukur 1 liter, kemudian encerkan hingga tanda batas. Biarkan larutan ini selama 24 jam sebelum dipergunakan dan simpan dalam botol berwarna gelap dan bersumbat gelas.

4.3. Peralatan

4.3.1. Botol KOB 250 ml atau 300 ml yang telah ditera sampai ketelitian 0,1 ml.

4.3.2. Ruangan yang mempunyai suhu konstan $20,0 \pm 1,0^\circ\text{C}$ atau termostat atau inkubator.

4.3.3. Buret 25 ml atau 50 ml.

4.3.4. Pipet ukur 2 ml dan 5 ml.

4.3.5. Labu ukur 100 ml dan 1000 ml.

4.3.6. Gelas piala 1000 ml.

4.3.7. Pipet 5 ml, 10 ml dan 25 ml.

4.4. Persiapan Contoh Uji

Pengambilan contoh uji dilakukan dari induk contoh yang sudah serba sama. Apabila terdapat zat-zat pengganggu lakukan penghilangannya menurut cara-cara di bawah ini.

4.4.1. Klor Aktif

4.4.1.1. Ke dalam 100 ml contoh uji, tambahkan 10 ml larutan kalium yodida, 10 ml asam asetat dan beberapa tetes indikator larutan kanji. Jika terjadi warna biru, titrasi dengan larutan natrium sulfit sampai warna biru tepat hilang. Catat pemakaian larutan natrium sulfit (a ml).

4.4.1.2. Ke dalam 100 ml contoh uji yang lain, tambahkan a ml larutan natrium sulfit, kocok dan biarkan 10 menit. Kemudian tambahkan 10 ml larutan kalium yodida dan 10 ml asam asetat. Bila campuran berwarna biru, titrasi dengan larutan natrium sulfit sampai warna biru tepat hilang. Catat pemakaian larutan sulfit (6 ml).

4.4.1.3. Ke dalam 100 ml contoh uji yang akan diuji KOB nya, tambahkan (a + b) ml larutan natrium sulfit.

4.4.2. Belerang Dioksida

Apabila contoh uji mengandung belerang dioksida, tuangkan sejumlah volume tertentu contoh uji tersebut ke dalam gelas piala dan asamkan dengan asam sulfat sampai pH 8 atau lebih rendah.

Catat pemakaian asam tersebut untuk diperhitungkan pada faktor pengenceran apabila diperlukan.

Alirkan gas nitrogen ke dalam contoh uji tersebut dari bawah sehingga terjadi gelembung-gelembung kecil dari gas tersebut. Kemudian periksa kebutuhan oksigen untuk volume tertentu dari contoh uji dengan menitrasi dengan larutan yodium 0,01 N (1 ml larutan yodium 0,01 N setara dengan 0,08 mg O_2).

Pemeriksaan akhir kebutuhan oksigen dari contoh uji tidak boleh lebih dari 0,1 mg/l.

4.4.3. Hidrogen Sulfida dan Sulfida-Sulfida lainnya

Cara menghilangkan sesuai dengan 4.4.2. dengan meniupkan gas nitrogen ke dalam contoh uji pada pH 5 atau lebih rendah sampai bau sulfida hilang.

4.4.4. Pengaturan pH

Nilai pH contoh uji harus netral. Penetrulan dapat dilakukan dengan penambahan asam sulfat atau larutan natrium hidroksida.

4.5. Prosedur

4.5.1. Pembuatan Larutan Pengencer

Tambahkan ke dalam 1 liter air suling (bebas Cu) atau air bebas mineral (4.2.3.) masing-masing 1 ml larutan-larutan berikut :

- penyangga fosfat
- magnesium sulfat
- feri klorida dan kalsium klorida
- bibit mikroba

Pembuatan larutan pengencer ini minimal sebanyak 2 liter, sehingga mencukupi untuk 6 buah botol KOB.

4.5.2. Pengenceran Contoh Uji

Encerkan contoh uji dengan larutan pengencer hingga 1 liter. Pengenceran contoh uji dapat dilakukan dengan cara-cara sebagai berikut :

- 1) Buat beberapa seri pengenceran
Nilai KOB₂ diambil dari pengenceran yang memberikan nilai sisa oksigen terlarut sekitar 1 - 2 mg/l setelah inkubasi 5 hari.
- 2) Apabila nilai KOK tidak dapat diperkirakan dapat pula dilakukan pengenceran berdasarkan tabel,

Tabel
Pengenceran Contoh Uji

No.	Macam air limbah	Kepekatan contoh uji
1	Untuk yang beban pencemarannya berat.	0 — 1 %
2	Untuk yang mengalami pengendapan.	1 — 5 %
3	Untuk yang telah diolah.	5 — 25 %
4	Untuk air sungai yang sudah tercemari.	25 — 100 %

- 4.5.3. Tuangkan contoh uji yang telah diencerkan ke dalam 3 buah botol KOB sampai meluap, kemudian tutup masing-masing botol secara hati-hati, agar tidak terdapat gelembung udara. Tandai masing-masing botol dengan notasi I, II dan III. Simpan botol II dan III dalam inkubator 20°C selama 5 hari.
- 4.5.4. Tambah ke dalam botol KOB I 2 ml larutan mangan sulfat dan 2 ml larutan alkali yodida dengan menggunakan pipet ukur mulai dari dasar botol terus ke permukaan secara vertikal.
- 4.5.5. Tutup botol KOB I dengan hati-hati, kocok kemudian biarkan sampai terbentuk endapan coklat.
- 4.5.6. Pisahkan contoh uji dalam botol KOB I menjadi dua bagian. Tambahkan 1 ml asam fosfat pekat ke dalam masing-masing bagian sampai endapan larut.
- 4.5.7. Titrasi masing-masing bagian dengan larutan baku natrium tiosulfat 0,01 N menggunakan indikator larutan kanji sampai warna biru tepat hilang. Hasil titrasi menyatakan nilai oksigen terlarut pada nol hari (A_1).
- 4.5.8. Ulangi pengerjaan 4.5.3. sampai 4.5.6. untuk botol KOB II dan III setelah diinkubasi 5 hari. Hasil titrasi menyatakan nilai oksigen terlarut pada 5 hari (A_2 dan A_3).
- 4.5.9. Lakukan pengerjaan 4.5.3. sampai 4.5.6. untuk penetapan blanko dengan menggunakan larutan pengencer tanpa contoh uji. Hasil titrasi menyatakan nilai oksigen terlarut nol hari (B_1) dan nilai oksigen terlarut 5 hari (B_2 dan B_3).

4.6. Perhitungan

4.6.1. Nilai OT dihitung sebagai berikut :

$$OT = \frac{8.000 \text{ a.N}}{(V_b - 4)}$$

Di mana :

OT = adalah banyaknya oksigen terlarut (OT) dinyatakan dalam miligram per liter.

a = adalah banyaknya larutan natrium tiosulfat dinyatakan dalam mililiter.

N = adalah normalitas larutan natrium tiosulfat.

V_b = adalah volume botol BOD dinyatakan dalam mililiter.

4.6.2. Nilai KOB 5 hari dihitung sebagai berikut

$$X = \left[A_1 - \left\{ \frac{(A_2 + A_3)}{2} \right\} \cdot \left\{ f \left(B_1 - \frac{(B_2 + B_3)}{2} \right) \right\} \right] \frac{1000}{V}$$

Di mana :

X adalah nilai KOB₅, dinyatakan dalam miligram per liter.

A₁ adalah nilai OT contoh sebelum inkubasi, dinyatakan dalam miligram per liter.

A₂ dan A₃ adalah nilai OT contoh setelah inkubasi, dinyatakan dalam miligram per liter.

B₁ adalah nilai OT larutan pengencer sebelum inkubasi, dinyatakan dalam miligram per liter.

B₂ dan B₃ adalah nilai OT larutan pengencer setelah inkubasi, dinyatakan dalam miligram per liter.

V adalah volume contoh uji, dinyatakan dalam mililiter.

f adalah nilai perbandingan jumlah larutan bibit dalam contoh dengan jumlah larutan bibit dalam larutan blanko.

4.7. Laporan Hasil Uji

Laporkan nilai KOB 5 hari (KOB₅), dalam miligram per liter sebagai nilai rata-rata dari 2 kali pengujian.

BADAN STANDARDISASI NASIONAL - BSN
Gedung Manggala Wanabakti Blok IV Lt. 3-4
Jl. Jend. Gatot Subroto, Senayan Jakarta 10270
Telp: 021- 574 7043; Faks: 021- 5747045; e-mail : bsn@bsn.or.id



BADAN STANDARDISASI NASIONAL - BSN
Gedung Manggala Wanabakti Blok IV Lt. 3-4
Jl. Jend. Gatot Subroto, Senayan Jakarta 10270
Telp: 021- 574 7043; Faks: 021- 5747045; e-mail : bsn@bsn.go.id